

## 燃え広がった可燃性固体内部の熱分解様相のその場観測 Visualization of the Pyrolysis in Combustible Solid by Using X-ray Tomography

大徳 忠史, 大上 泰寛  
Tadafumi Daitoku, Yasuhiro Ogami

秋田県立大学 システム科学技術学部  
Akita Prefectural University

可燃性固体の燃え広がり現象のメカニズムを解明することは、防災や消火等の火災対策のみならず、植物・木質を起源とする未利用バイオマスの効率的な利用のための知見を得るためにも重要である。本評価では特に、セルロース繊維で構成される多孔質材である木質や紙を対象に、あらかじめ熱分解させた木質バイオマスの内部構造を放射光 X 線 CT による可視化計測を実施し熱分解特性に関する基礎的な知見を得ることを試みた。

キーワード： 熱分解, 木質バイオマス, X 線 CT

### 背景と研究目的：

可燃性固体に沿って燃え広がる現象では、固相の未燃焼部分が火炎帯から受熱し、温度が上昇して熱分解を起こす(図 1)。固相の熱分解領域から気化した可燃性気体が火炎帯へと供給され燃焼し、その火炎が再び未燃焼部分を加熱するというサイクルを繰り返し継続することにより火炎は燃え広がっていく。

#### 固体燃焼の分類

- a)条件が整えば燃焼部分が固体の表面に沿って拡大 (燃え広がり)
- b)気相に火炎を維持不可ながら、燃焼が進行(くん焼, 無炎燃焼)

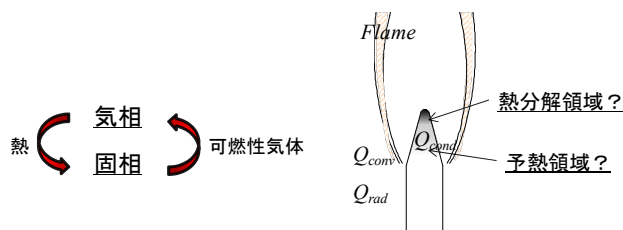


図 1. 可燃性固体の熱分解モデル

一般に可燃性固体の燃焼では火炎により外部から受熱し熱分解過程で表面から炭化するはずである。しかしながら、例えば紙など天然高分子物質であるセルロースを主とする可燃性固体に関して、薄い試料の燃え広がりでは、燃焼対象物の厚さが薄く、伝熱的に Bi 数(物体内の熱伝導に対する物体表面の熱伝達の相対的な大きさ)が非常に小さいため固相内部の温度分布はほぼ一様であると見なされる。従来より、熱分解速度やその組成に関して熱重量測定や示差熱分析により計測が行われている[1]。

また、ある程度の大きさを有する固体の燃焼および熱分解現象では、気相燃焼と固体表面での表面燃焼による発熱が熱源となり、固体表面から内部への熱分解を進行させる。熱伝導率が低い木材など、固体の厚さ方向(入熱方向)に温度分布をもつ不均一な系では、表面からの入熱量の変化により現象が変化すると考えられる。

しかしながら、固体内部の熱分解や燃焼現象の観測は困難であり、その厚さ方向の熱分解の様相について詳細な報告は無いようである。可燃性固体の燃え広がり現象のメカニズムを解明することは、防災や消火等の火災対策のみならず、植物・木質を起源とする未利用バイオマスの効率的な利用のための知見を得るためにも重要である。

本研究では特に、セルロース繊維で構成される多孔質材である木質や紙を対象に、熱分解させ

た木質バイオマスの内部構造の X 線マイクロ CT による可視化計測を実施し，熱分解特性に関する知見を得ることを目的とする。

### 実験：

図 2 に本実験で使用した SPring-8 BL20B2 ビームラインの構成を示す[2]。BL20B2 は偏向電磁石を光源とするビームラインで，5-113 keV の X 線が利用可能である。また，20 mm 以上の X 線視野が有り，試料サイズにより数  $\mu\text{m}$ ~100  $\mu\text{m}$  程度の実効分解能での撮影が可能である。薄膜蛍光板(シンチレータ)を用いて透過 X 線像を可視光像へ変換し，光学レンズ系により拡大され CMOS へ投影される。

計測試料は，数  $\mu\text{m}$  から十数  $\mu\text{m}$  程度のセルロース繊維で構成される市販濾紙，およびひのき材を用いた。熱分解および燃焼前後の計測試料の変化を X 線 CT により観測した。今回，SPring-8 ビームラインの実験ハッチ内で燃焼させることはできなかつたため，あらかじめ加熱・燃焼させ，熱分解領域と未燃領域が混在する試料を用意した。

計測試料となる濾紙は複数枚重ね，熱源は高温熱源および低温熱源により温度勾配を有する環境で熱分解させた。つまり加熱側に設置された濾紙は熱分解し，反対側冷却面にあるろ紙は熱分解には至っていない。濾紙は，ビームの観測視野に収まるように直径 5 mm とし，厚さ 0.5 mm のアクリル製円筒管ホルダへ収めた。

ひのき材は，熱分解前の試料の形状・サイズは 7 mm×7 mm×40 mm の直方体とした。本実験における検出器の空間分解能は，結像におけるピクセルサイズが 3.94  $\mu\text{m}$  相当である。X 線のエネルギー値は，木材の主構成成分であるセルロース(軽元素の炭素)の計測を主眼として 16 keV を選択した。本実験における撮像条件を表 1 に示した。

表 1. 測定条件

Energy keV	16
Pixel size $\mu\text{m}/\text{pixel}$	3.94
Distance between sample and detector mm	40
Exposure time ms	120
Number of projection / 180°	1500 / 180

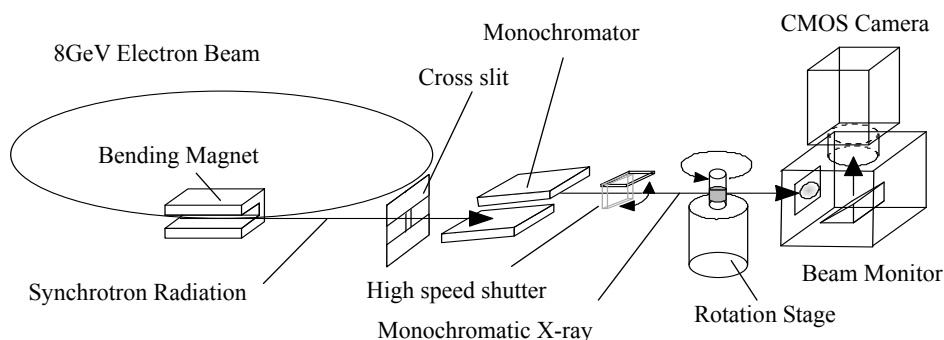
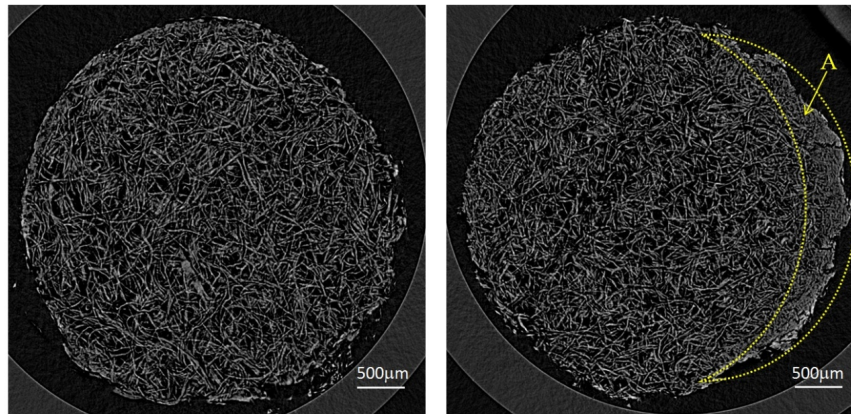


図 2. BL20B2 ビームラインの概要

### 結果および考察：

図 3(a)は未熱分解のろ紙の断面であり，図 3(b)は電気加熱により熱分解させたろ紙の CT 像である。図 3(a)よりろ紙内部の CT 画像から，熱分解後もセルロースの繊維形状を保っているがわずかに収縮する傾向が伺える。また，矢印 A で示した領域で繊維構造を成していないが，熱分解に伴い脆くなっていたため，X 線 CT 計測の際に切り出した機械的衝撃で崩れたものである。

図 4 は，一方向から加熱，熱分解させたひのき材の X 線 CT による断面の様相である。木質材の熱分解温度を考慮し，加熱面温度を 370°C とした。その際，可能な限り木目に対し平行に伝熱するように，また繊維(導管)が伸びている方向に対し垂直になるように設置した。図中上側が加熱し熱分解させた面である。図 4 左の画像はは図中口で囲んだ領域の拡大画像である。このよう



(a)未熱分解のろ紙の断面

(b)熱分解したろ紙の断面

図3. ろ紙試料の X 線 CT 画像

に X 線 CT 像より木材試料中の繊維(導管)一本一本の認識が可能である。拡大画像より、熱分解により、中空の繊維構造が崩れているように見える。CT 画像から、熱分解が進行した深さは約 0.5 mm 程度であった。また、図 4 右上に丸く囲んだ領域には、熱分解によるものと思われるクラックが確認できる。本 CT 計測において、木材試料内部にこのような空隙が何箇所か観察されたが、z 方向へ 0.3 mm 程度の幅であり z 方向全領域にわたるような大きな空隙は確認されなかった。また、図 4 の上側が加熱面であり、下へ向かい熱分解は進行しているが、本計測では、輝度値による繊維レベルでの熱分解による組成の変化は捉えることは困難であった。

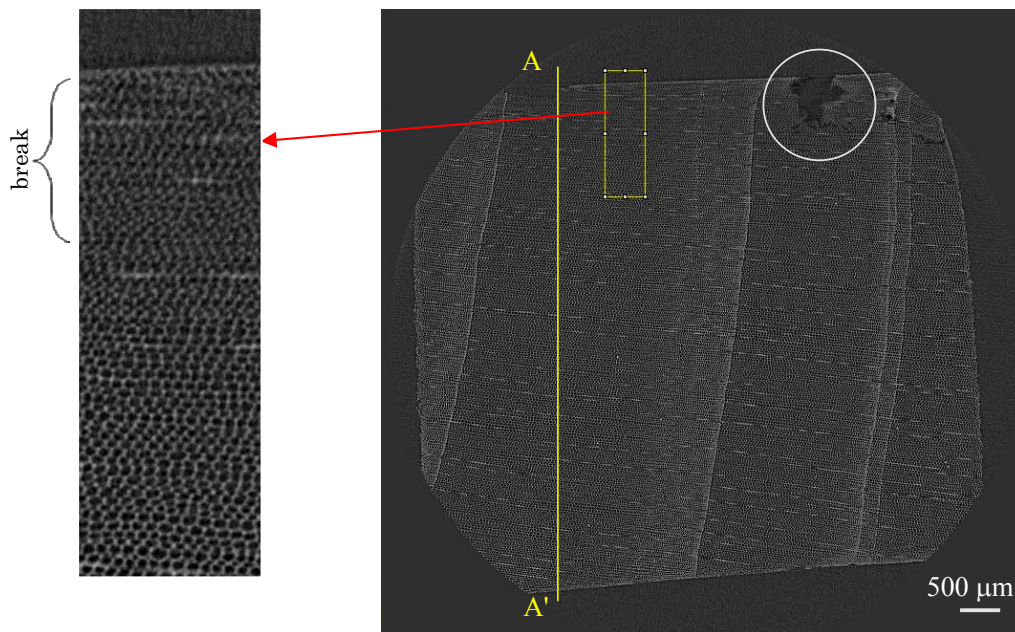


図4. 部分的に熱分解させたひのき材の X 線 CT 画像

導管が伸びている方向に 1500 枚(5.91 mm 分)のスライス画像をスタックし、AA'断面について輝度の積分値による X 線の吸収分布を図 5 に示した。多孔質構造であるため、輝度の積分値が激しく振動しているが、熱分解している領域から熱分解に至っていない領域に向かい X 線の吸収量が増加している傾向が見て取れる。このことは、木材試料を構成しているセルロース、ヘミセルロース、リグニン等が熱分解によりガス化し、密度が変化し熱分解領域の X 線の吸収量が減少したものであると思われる。しかしながら、図 4 に示すように今回 CT 計測した範囲には部分的なクラックにより内部に空孔が生じており、その影響も含んでいる。



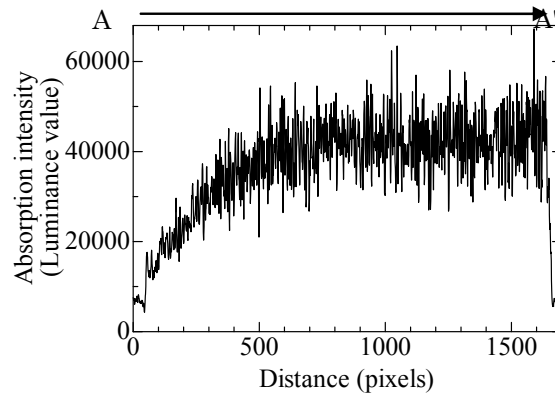


図 5. 長手方向厚さ 5.91mm 分の AA'断面での X 線の吸収強度

図 6 は長手方向端面から燃焼させ、強制的に消火した木材試料の X 線 CT による断面の画像である。木材の一部を炭化させた。気相側からの火炎による入熱で木材表面も燃焼し、木材外側の繊維構造が大きく変形していることが分かる。また、内部の繊維構造は木材本来の形状を示しており、燃焼には至っていないことが分かる。また、図中矢印に輝度値が高い X 線を吸収している物質が確認されるが、木材に含まれる微量の無機物が燃焼に伴い析出したものと思われる。

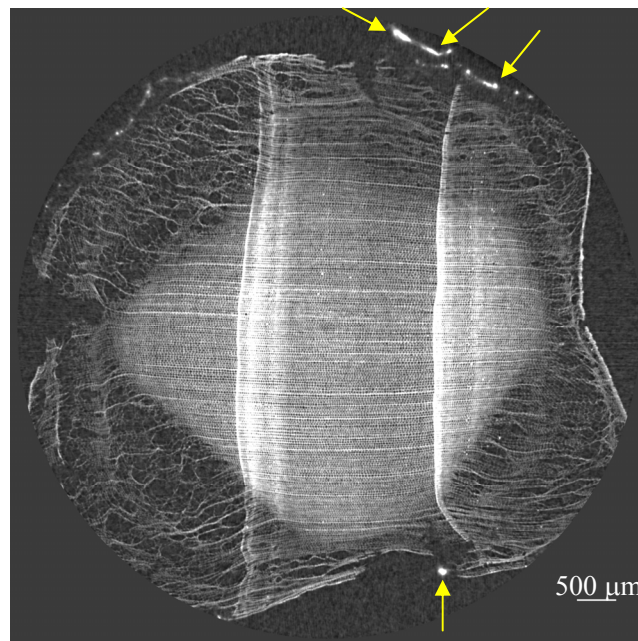


図 6. 部分的に燃焼させたひのき材の X 線 CT 画像

#### まとめと今後の課題：

BL20B2 ビームラインにおいて、部分的に熱分解させた可燃性固体(木質系バイオマス)の内部様相の X 線 CT による可視化を行なった。その結果、熱分解した部分では試料内部の導管の壁面が明確ではなく、繊維構造が崩れている。特に燃焼させた場合には原形をとどめていない。しかしながら、熱分解した部分と未熱分解部分の輝度値の違いは捉えられたが、熱分解による密度変化および組成変化を区別するには至らなかった。今回の計測では熱分解の進行深度の定量化には課題が残るが、燃焼の場合のような熱流束の大きな条件では、内部構造の変化をとらえることが非破壊で可能であり、木材試料中への入熱量(熱流束)の制御ができれば表面燃焼の進行過程をリアルタイムで追跡できる可能性を見出した。

#### 参考文献：

- [1] 例えば、バイオマスハンドブック 第 2 版, 日本エネルギー学会編, オーム社.
- [2] S. Goto et.al., *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, 682-685, (2001).